

(19) **RÉPUBLIQUE FRANÇAISE**  
**INSTITUT NATIONAL**  
**DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**  
**PARIS**

(11) **N° de publication :**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 687 223**

(21) **N° d'enregistrement national :** **92 01661**

(51) **Int Cl<sup>5</sup> :** G 01 N 11/14, 33/24//F 17 D 1/16, E 21 B 43/12

(12) **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1**

(22) **Date de dépôt :** 12.02.92.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de la mise à disposition du public de la demande :** 13.08.93 Bulletin 93/32.

(56) **Liste des documents cités dans le rapport de recherche :** *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

(71) **Demandeur(s) :** **INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE**  
(Organisme Professionnel) — FR.

(72) **Inventeur(s) :** Moracchini Gérard, Sanchez José et Behar Emmanuel.

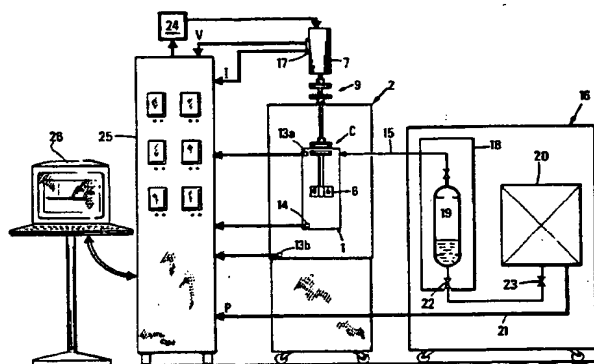
(73) **Titulaire(s) :**

(74) **Mandataire :**

(54) **Dispositif et méthode pour surveiller les variations de consistance d'un mélange.**

(57) Le mélange à surveiller est placé dans une cellule (1) thermostatée, mis sous pression et brassé par un agitateur rotatif qui est mu par des moyens d'entraînement à couple moteur réglable (7-9). Un système de contrôle (24, 25) piloté par un micro-ordinateur (26) commande la programmation d'un gradient de température et la compensation des baisses éventuelles de pression dans la cellule par une injection de gaz prélevé à une source de gaz (16) sous pression régulée, et enregistre les variations au cours du temps du couple moteur appliqué caractéristique de la consistance du mélange jusqu'à ce qu'il atteigne un certain seuil de décrochement, où les moyens d'entraînement cessent d'agir sur l'agitateur. Le dispositif peut être utilisé par exemple pour tester des additifs susceptibles d'inhiber ou de retarder la solidification d'un mélange d'eau et d'effluents pétroliers et gaziers, résultant de la formation d'hydrates.

Application à l'acheminement d'une production de pétrole ou de gaz par exemple.



**FR 2 687 223 - A1**



L'invention a pour objet un dispositif automatique pour surveiller les variations de consistance ou de viscosité d'un mélange de substances dans des conditions de température et de pression définies, et une méthode pour suivre l'évolution de la  
5 consistance ou la viscosité d'un mélange dans ce dispositif.

L'invention peut s'appliquer notamment pour la surveillance de réactions chimiques intervenant entre les constituants d'un mélange. Elle permet par exemple de suivre l'évolution de la consistance ou viscosité d'un mélange constitué  
10 d'un gaz dissous dans une phase liquide, dues à la formation d'hydrates et notamment dans des mélanges polyphasiques d'effluents tels que des effluents pétroliers ou gaziers.

Les hydrates de gaz naturel par exemple sont des composés formés à partir de molécules d'eau et d'hydrocarbures légers tels  
15 que le méthane, l'éthane, le propane, le n- et i-butane, le dioxyde de carbone et l'hydrogène sulfuré. Ils se forment quand l'eau est en présence de gaz, soit à l'état libre, soit dissous dans un hydrocarbure liquide tel que du pétrole brut ou un condensat de gaz naturel, et lorsque la température du mélange descend au-  
20 dessous d'une valeur seuil qui dépend de la pression et de la composition de gaz dans le mélange.

Le changement de consistance d'un mélange dû à la formation d'hydrates est un phénomène nuisible notamment dans le domaine de la production pétrolière et gazière où l'on doit  
25 transporter des effluents produits sur des distances parfois importantes. C'est le cas notamment pour le transport d'effluents issus de puits sous-marins (ou offshore), qui sont acheminés vers une station à terre par des canalisations dans des conditions de pression et de température propices à la formation de ces  
30 hydrates. Ils apparaissent sous forme de cristaux qui, en s'agglomérant, forment des bouchons solides susceptibles de bloquer le transfert des effluents.

Pour diminuer les investissements et les coûts d'exploitation, on renonce généralement à ôter toute l'eau qui

peut se trouver mélangée aux effluents. On préfère combattre la formation des hydrates en injectant dans les mélanges des inhibiteurs capables d'amener le seuil de température en deçà duquel ils se forment, au-dessous de la température effective dans les conduites d'acheminement des effluents. Comme agent inhibiteur, on utilise par exemple du méthanol ou du glycol. Cependant, cette solution est onéreuse car non seulement les quantités mises en jeu sont importantes -la proportion des inhibiteurs, pour être efficace, peut atteindre 40% en masse de l'eau présente dans le mélange- mais ils sont très difficiles à récupérer après les opérations de transfert.

Une autre solution employée encore consiste à ajouter dans le mélange contenant des hydrates des agents dispersants capables de maintenir en suspension dans les effluents les cristaux susceptibles de se former.

Il faut donc chercher à sélectionner des agents inhibiteurs et/ou dispersants plus efficaces de façon à minimiser les quantités nécessaires et, pour cela pratiquer des essais systématiques en laboratoire pour tester différentes formules chimiques. Ces tests systématiques sont souvent longs et doivent souvent pour être menés à bien, rester sous le contrôle d'un opérateur.

Le dispositif selon l'invention est agencé pour rendre automatiques des opérations de surveillance diverses menées pour tester l'évolution au cours du temps de la consistance d'un mélange dans des conditions de température et de pression définies. Il comporte une enceinte close résistant à la pression, des moyens de régulation de la température régnant à l'intérieur de l'enceinte et un système de brassage comprenant des moyens d'agitation rotatifs en contact avec le contenu de la cavité.

Le dispositif est caractérisé en ce qu'il comporte des moyens d'entraînement réglables pour maintenir sensiblement constante la vitesse de rotation desdits moyens d'agitation tant que le couple moteur à leur appliquer reste au-dessous d'une

valeur maximale, et un appareil de contrôle pour appliquer des signaux de commande aux moyens d'entraînement et pour enregistrer en fonction du temps et de différents paramètres caractéristiques, l'évolution de la consistance dudit mélange.

5 Les moyens d'entraînement comportent par exemple un organe de couplage magnétique entraîné en rotation par un moteur électrique, et les moyens de contrôle comportent des éléments de contrôle du moteur produisant des signaux indicatifs de la consistance dudit mélange.

10 En raison de son appareil de contrôle adapté à réguler la température ainsi que la vitesse d'agitation, et à surveiller l'évolution de la consistance dans des limites fixées, le dispositif selon l'invention peut effectuer de façon autonome des tests systématiques pour sélectionner différentes substances et des  
15 concentrations.

D'une façon plus spécifique le dispositif selon l'invention permet de surveiller les modifications de la consistance d'un mélange d'eau et d'effluents pétroliers ou gaziers par exemple en présence de substances susceptibles d'empêcher l'accroissement  
20 de la viscosité du mélange, résultant de la formation d'hydrates au sein du mélange, dans des conditions de température et de pression définies et, de ce fait, il permet de mener à bien de façon automatique, des tests d'inhibiteurs ou de produits dispersants en reproduisant en laboratoire des conditions  
25 opératoires fixées et notamment dans l'application indiquée ci-dessus, celles qui règnent effectivement lors du transfert des effluents. Dans cette application spécifique, le dispositif comporte aussi des moyens de régulation de pression par introduction dans la cellule d'un gaz à une pression régulée, de façon à compenser  
30 toute baisse de pression résultant de la formation d'hydrates au sein du mélange agité.

Les moyens d'entraînement comportent par exemple un organe de couplage magnétique entraîné en rotation par un moteur électrique, comprenant un premier moyen magnétique

entraîné en rotation par ledit moteur, un deuxième moyen magnétique relié aux moyens d'agitation et des moyens d'écartement pour faire varier la distance entre les deux moyens magnétiques dans le but de faire varier le couple d'entraînement  
5 appliqué au deuxième moyen magnétique, et l'appareil de contrôle comporte des éléments de mesure des signaux de commande appliqués au moteur, ces signaux étant indicatifs de la consistance dudit mélange, et un ensemble de régulation pour maintenir constante la vitesse de rotation des moyens d'agitation  
10 tant que le couple à appliquer est inférieur à ladite valeur maximale.

Le dispositif peut comporter aussi un moyen pour délivrer un fluide sous pression capable de compenser les variations de la pression dans l'enceinte consécutives à la formation d'hydrates  
15 au sein du mélange. De préférence, on utilise une cellule transparente permettant un contrôle visuel.

Suivant un mode de réalisation, l'appareil de contrôle comporte un ensemble de mesure et de visualisation pour la mesure des pressions ou des températures, des signaux indicatifs  
20 du fonctionnement du moteur, du couple moteur appliqué et de la vitesse de rotation des moyens d'agitation, et pour l'affichage des mesures effectuées, des moyens pour commander une variation programmée de la température imposée régnant dans ladite cellule, ainsi qu'un micro-calculateur pour gérer le  
25 fonctionnement.

Les moyens d'entraînement peuvent aussi comporter par exemple un coupleur à entraînement magnétique pour transmettre aux moyens d'agitation rotatifs au travers d'une paroi de la cellule, le couple moteur transmis par l'organe de  
30 couplage magnétique.

L'invention porte aussi sur une méthode pour surveiller les modifications de la consistance résultant de la formation d'hydrates, d'un mélange d'eau et d'effluents pétroliers en présence de substances susceptibles d'empêcher l'accroissement

de la viscosité du mélange, dans des conditions de température et de pression définies, qui est caractérisée en ce qu'elle comporte :

5 - le maintien du mélange dans des conditions de pression et de température définies et son brassage par des moyens d'agitation rotatifs et l'application à ces moyens d'agitation d'un couple moteur; et

10 - le maintien automatique de l'agitation du mélange tant que la consistance du mélange agité reste inférieure à un seuil déterminé et la mesure de l'évolution au cours du temps du couple moteur appliqué indicatif de ladite consistance.

D'autres caractéristiques et avantages de la méthode et du dispositif selon l'invention apparaîtront mieux à la lecture de la description ci-après de modes de réalisation décrits à titre d'exemples non limitatifs, en se référant aux dessins annexés où :

15 - la Fig.1 montre schématiquement une cellule d'essai dans une enceinte thermostatée; et

- la fig.2 montre schématiquement la cellule précédente associée à un système de contrôle permettant d'automatiser le déroulement d'essais menés au moyen de la cellule;

20 Le dispositif selon l'invention comporte une cellule d'essai 1 cylindrique placée dans une enceinte thermostatée 2. La cellule est réalisée en un matériau transparent capable de résister à des pressions élevées tel que du saphir synthétique par exemple. Deux barres de support 3 traversent la paroi supérieure de l'enceinte  
25 2. A l'intérieur de celle-ci, la cellule 1 est rattachée aux barres 3 par des brides de fixation 4. La cellule est pourvue d'une chambre intérieure 5. Des moyens de brassage tournants 6 tels qu'un agitateur à palettes, sont disposés à l'intérieur de la chambre 5. L'agitateur 6 est entraîné en rotation par des moyens  
30 d'entraînement à couplage magnétique. Ces moyens d'entraînement comportent un moteur électrique 7 sur un support S fixé aux deux barres 3, un axe 8 qui traverse la paroi supérieure de l'enceinte thermostatée 2 et un organe de couplage magnétique 9 d'un type connu. Celui-ci, qui est disposé à

l'extérieur de l'enceinte comporte un premier plateau 10 pourvu d'aimants qui est entraîné en rotation par le moteur 7 et, face au premier, un deuxième plateau 11 pourvu d'aimants également et relié à l'axe 8. L'alignement entre l'axe 8 et l'arbre du moteur est  
5 maintenu par une tige A et une bille B interposée entre elle et le centre du deuxième plateau 11. Pour éviter toute liaison mécanique directe entre l'axe 8 et l'axe 12 de l'agitateur 6, on utilise de préférence un coupleur magnétique C comportant deux  
10 disques magnétiques C1 et C2 disposés en regard l'un de l'autre, de part et d'autre de la paroi supérieure 1A de la cellule. Une bille D est interposée entre le centre du disque supérieur C1 et la paroi supérieure 1A pour maintenir le centrage de l'axe 8 par rapport à la cellule 1. Des ressorts R relient le support S du  
moteur 7 à l'enceinte 2.

15 Par déplacement vertical du support S, on peut faire varier à volonté l'écartement entre les deux plateaux 10 et 11 et de ce fait, le couple d'entraînement appliqué à l'agitateur 6.

Un capteur de température 13a et un capteur de pression 14 sont disposés à l'intérieur de la cellule 1. Un autre capteur de  
20 température 13b est disposé dans l'enceinte à l'extérieur de la cellule. Une canalisation 15 fait communiquer l'intérieur de l'enceinte avec une source de gaz sous pression extérieure à l'enceinte et maintenue à pression constante. Au bloc moteur 7, sont associés des moyens 17 de mesure de l'intensité et de la  
25 tension des signaux de commande appliqués au moteur.

La source 16 à pression constante comporte (Fig.2) une  
enceinte climatisée 18 contenant une bouteille 19 renfermant un gaz par exemple du méthane ou tout autre mélange de gaz  
représentant un gaz naturel, reliée à la cellule par la canalisation  
30 15. Le gaz est mis sous pression par une pompe à mercure 20 délivrant du mercure à une pression constante déterminée, qui communique avec la bouteille 19 par une canalisation 21 pourvue de vannes 22, 23.

Le dispositif comporte encore un appareil de contrôle constitué d'un élément d'alimentation électrique 24 du moteur lui appliquant des signaux de commande appropriés pour que l'agitateur à palettes 6 tourne avec une vitesse déterminée, d'un ensemble de mesure et de visualisation 25 et d'un micro-ordinateur 26 pourvu d'une carte d'interface adaptée à communiquer avec l'ensemble 25. Celui-ci reçoit et affiche les données de température et de pression mesurées dans la cellule par les capteurs 13a, 13b, la température mesurée dans l'enceinte par le capteur 14 et la pression régulée délivrée par un capteur (non représenté) associé à la pompe 20. L'intensité  $I$  traversant le moteur ainsi que sa tension de commande  $V$  mesurés par les moyens de mesure 17 sont reçus par l'ensemble 24. Le calculateur 26 est adapté, en fonction des données mesurées, à calculer le couple appliqué à l'agitateur 6 et sa vitesse de rotation. Si la vitesse s'écarte d'une valeur de consigne préfixée, l'ensemble 25 agit sur l'élément d'alimentation 24 qui engendre le courant électrique approprié pour rétablir cette vitesse de consigne.

20 Dans une application à des tests de formation d'hydrates dans un mélange d'eau et d'effluents pétroliers ou gaziers par exemple, le dispositif selon l'invention fonctionne de la manière suivante.

On introduit dans la cellule un mélange constitué sensiblement de  $1/3$  d'eau et de  $2/3$  de pétrole brut et on le porte en pression en ajoutant un gaz naturel jusqu'à obtenir une pression de l'ordre de 8 MPa. On met en marche l'agitateur et la température est abaissée par paliers de  $5^{\circ}\text{C}$  à partir de la température ambiante jusqu'à atteindre  $3^{\circ}\text{C}$ , température que l'on peut observer dans des conduites d'acheminement en mer d'effluents pétroliers ou gaziers. L'intensité du courant électrique traversant le moteur reste sensiblement constante jusqu'à ce que des hydrates commencent à apparaître quand des molécules de gaz passent de la phase gazeuse dans la phase solide qui se



forme. On observe alors une augmentation du débit instantané du gaz qui est introduit automatiquement dans la cellule pour y maintenir la pression constante et une augmentation progressive du courant électrique nécessaire pour maintenir constante la  
5 vitesse de rotation.

Au fur et à mesure que l'eau présente dans la cellule se transforme en hydrates, la consistance ou viscosité du mélange augmente. Le couple moteur à fournir pour maintenir constante la vitesse de rotation croît corrélativement. Lorsqu'il atteint la  
10 valeur seuil fixée au préalable par un écartement approprié des plateaux magnétiques 10, 11, l'agitation cesse et l'ensemble de contrôle interrompt le déroulement de l'essai en cours. On choisit cette valeur-seuil en fonction de la perte de charge maximale que peut supporter dans la pratique l'installation de pompage utilisée  
15 pour le transfert des effluents.

On effectue des cycles successifs de tests en introduisant dans un mélange initial identique au précédent, des proportions variées d'une substance susceptible de contrarier l'épaississement du mélange tel qu'un inhibiteur ou un produit  
20 dispersant à tester et en changeant la nature de cette substance. A chaque fois, l'appareil de contrôle fournit un ensemble de résultats : variations au cours du temps du débit de gaz injecté et de l'intensité du courant qui traduit la variation de viscosité, jusqu'à l'arrêt total du test déclenché quand on atteint la  
25 valeur-seuil fixée. On peut donc mener à bien pratiquement sans intervention d'un opérateur des cycles de test souvent assez longs à l'issue desquels on peut sélectionner la substance la plus appropriée et les proportions qu'il faut ajouter pour que le mélange reste dans les conditions de transport admissibles.

## REVENDICATIONS

1) Dispositif pour surveiller les modifications de la  
5 consistance d'un mélange de substances dans des conditions de  
température et de pression définies comportant une cellule close  
(1) résistant à la pression, un ensemble de régulation de la  
température régnant à l'intérieur de la cellule et un système de  
10 brassage comprenant des moyens d'agitation rotatifs (6) en  
contact avec le contenu de la cavité, caractérisé en ce qu'il  
comporte des moyens d'entraînement (7-9) réglables pour  
maintenir sensiblement constante la vitesse de rotation desdits  
moyens d'agitation tant que le couple moteur à leur appliquer  
15 reste au-dessous d'une valeur maximale, et un appareil de  
contrôle (24-26) pour appliquer des signaux de commande aux  
moyens d'entraînement et pour enregistrer en fonction du temps  
et de différents paramètres caractéristiques, l'évolution de la  
consistance dudit mélange.

2) Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que  
20 les moyens d'entraînement comportent un organe de couplage  
magnétique (9) entraîné en rotation par un moteur électrique (7),  
et l'appareil de contrôle comporte un élément de commande (24)  
du moteur, et des éléments de contrôle (17) dudit moteur (7)  
produisant des signaux indicatifs de la consistance dudit mélange.

25 3) Dispositif pour surveiller les modifications de la  
consistance résultant de la formation d'hydrates, d'un mélange  
d'eau et d'effluents pétroliers ou gaziers en présence de  
substances susceptibles d'empêcher l'accroissement de la  
viscosité du mélange, dans des conditions de température et de  
pression définies, le dispositif comportant une cellule close (1)  
30 résistant à la pression pour contenir ledit mélange d'eau,  
d'effluents et desdites substances, un ensemble de régulation  
comportant une enceinte thermostatée (2) pour maintenir à une  
valeur imposée la température régnant à l'intérieur de la cellule

(1) et un système de brassage comprenant des moyens d'agitation rotatifs (6) en contact avec le mélange contenu dans la cavité, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens d'entraînement réglables (7-9) pour maintenir sensiblement  
5 constante la vitesse de rotation desdits moyens d'agitation (6) tant que le couple moteur à leur appliquer reste au-dessous d'une valeur maximale, des moyens (14, 16) de régulation de pression par introduction dans la cellule d'un gaz à une pression régulée et un appareil de contrôle (24, 26) pour appliquer aux  
10 moyens d'entraînement des signaux de commande et pour enregistrer en fonction du temps et de différents paramètres caractéristiques, l'évolution de la consistance dudit mélange résultant de la formation d'hydrates.

4) Dispositif selon la revendication 3, caractérisé en ce que  
15 les moyens d'entraînement comportent un organe de couplage magnétique (9) entraîné en rotation par un moteur électrique (7), comprenant un premier moyen magnétique (10) entraîné en rotation par ledit moteur, un deuxième moyen magnétique (11) relié aux moyens d'agitation (6) et des moyens d'écartement pour  
20 faire varier la distance entre les deux moyens magnétiques dans le but de faire varier le couple d'entraînement appliqué au deuxième moyen magnétique (11), et l'appareil de contrôle comporte des éléments de mesure (17), des signaux de commande appliqués au moteur, ces signaux étant indicatifs de la  
25 consistance dudit mélange, et un ensemble de régulation (25, 26) pour maintenir constante la vitesse de rotation des moyens d'agitation tant que le couple à appliquer est inférieur à ladite valeur maximale.

5) Dispositif selon la revendication 3 ou 4 caractérisé en ce  
30 qu'il comporte des moyens (18-20) pour délivrer un fluide sous pression capable de maintenir sensiblement constante la pression régnant dans ladite enceinte.

6) Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ladite cellule est réalisée en un matériau transparent.

5 7) Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'appareil de contrôle comporte un ensemble (25) de mesure et de visualisation pour la mesure de pressions de températures, de signaux indicatifs du fonctionnement du moteur, du couple moteur appliqué et de la vitesse de rotation des moyens d'agitation et par l'affichage des  
10 mesures effectuées, des moyens pour commander une variation programmée de la température imposée régnant dans ladite cellule (1), ainsi qu'un micro-calculateur (26) pour gérer le fonctionnement.

15 8) Dispositif selon l'une des revendications 4 à 7, caractérisé en ce que les moyens d'entraînement magnétiques comportent en outre un coupleur à entraînement magnétique (C) adapté à transmettre aux moyens d'agitation rotatifs (6), au travers d'une paroi de ladite cellule, le couple moteur transmis par ledit organe de couplage (9).

20 9) Méthode pour surveiller les modifications de la consistance résultant de la formation d'hydrates à partir, d'un mélange d'eau et d'effluents pétroliers ou gaziers en présence de substances susceptibles d'empêcher l'accroissement de la viscosité du mélange, dans des conditions de température et de pression définies, caractérisée en ce qu'elle comporte :

- 25 - le maintien du mélange dans des conditions de pression et de température définies, son brassage par des moyens d'agitation rotatifs et l'application à ces moyens d'agitation d'un couple moteur; ainsi que
- 30 - le maintien automatique de l'agitation du mélange tant que la consistance du mélange agité reste inférieure à un seuil déterminé et la mesure de l'évolution au cours du temps du couple moteur appliqué indicatif de ladite consistance.

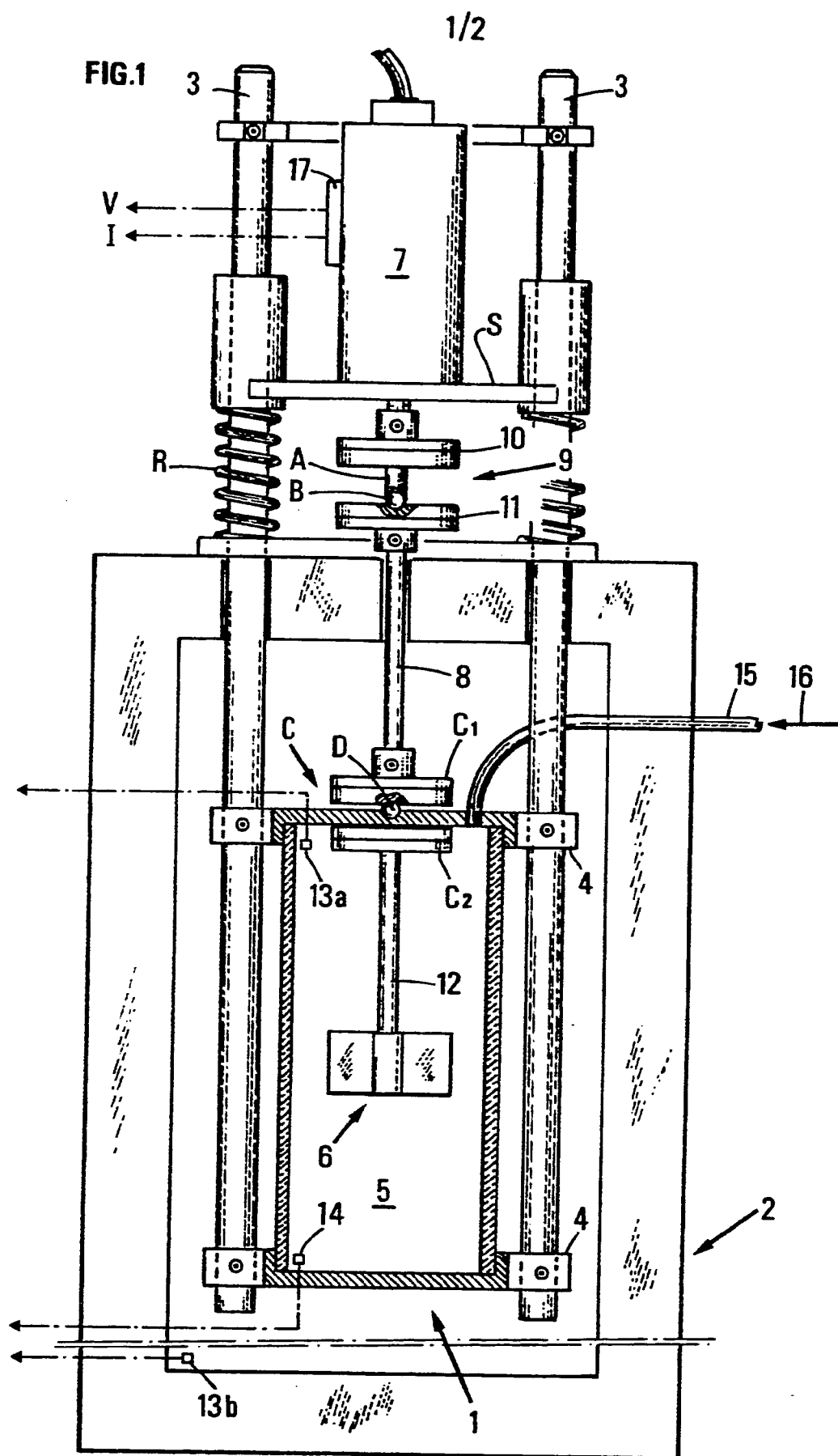
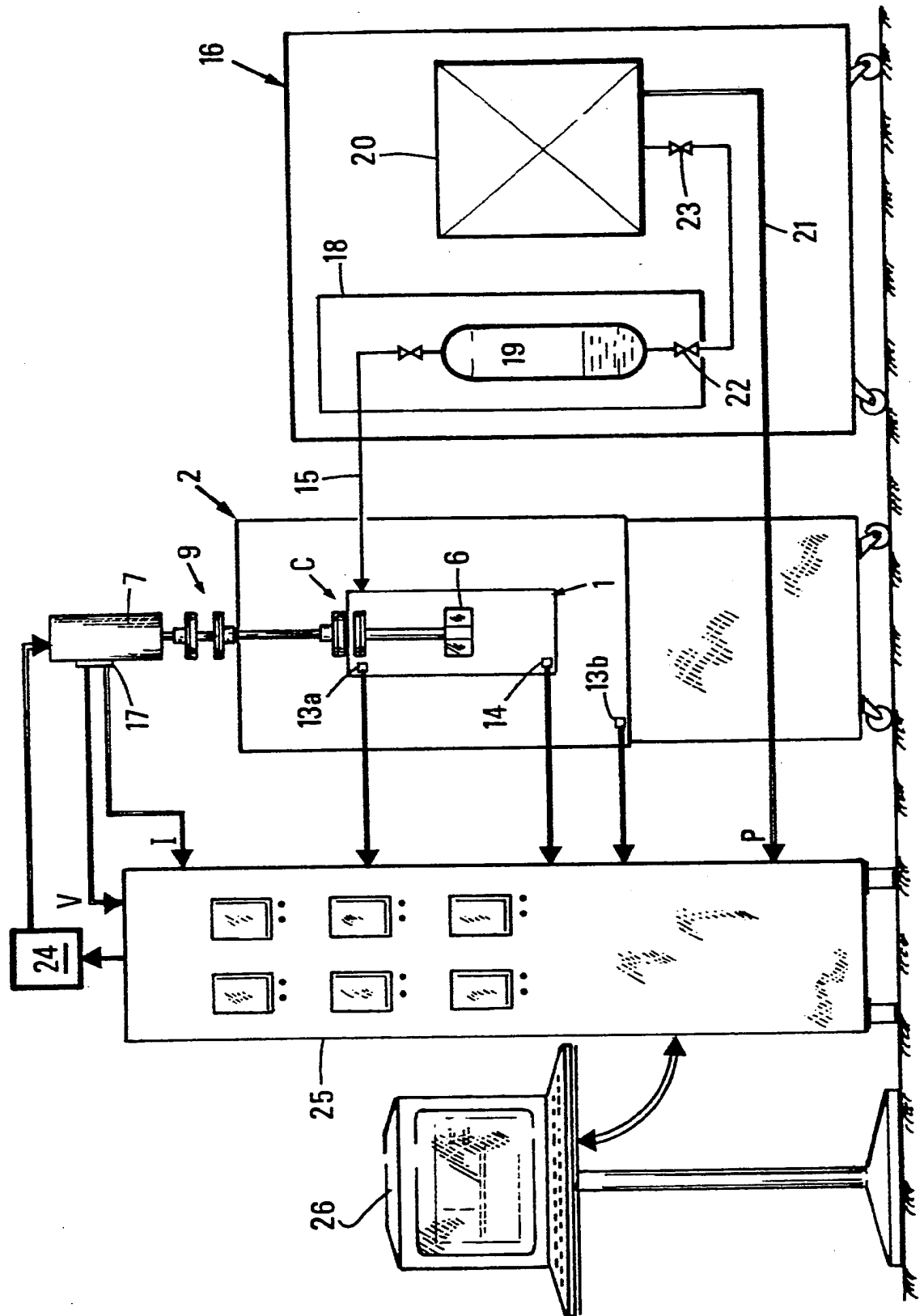


FIG. 2



INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

**RAPPORT DE RECHERCHE**  
établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FR 9201661  
FA 469014

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X Y A	CA-A-1 223 458 (J.R. DELOREY)  * page 7, ligne 24 - page 9, ligne 21 * * page 10, ligne 10 - page 12, ligne 1 * * figures 2-5 *  ----	1,2,6,7 8 3-5,9
X A	EP-A-0 236 205 (TOTAL)  * colonne 3, ligne 16 - colonne 4, ligne 53; figure 1 *  ----	1,2,7 3-5
Y A	DE-U-8 902 190 (CONTRAVES)  * le document en entier *  ----	8 1-4,9
A	DE-U-8 512 907 (DYNAMIT NOBEL) * page 18, ligne 1 - ligne 9; revendication 1; figure 1 *  -----	1,3,7-9
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		G01N
Date d'achèvement de la recherche 20 OCTOBRE 1992		Examinateur JOHNSON K.
<b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b> X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire  T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons * : membre de la même famille, document correspondant		

EPO FORM 1503 01.82 (P0415)

